5975 シリーズ MSD の化学イオン化にアンモニア試薬ガスを使用する

アプリケーション

化学分析

著者

Charles Thomson, James Foote, Dave Peterson,
and Harry Prest
Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808-1610
USA

要旨

このノートでは、5975 inert MSD プラットフォームで CI ガスとしてアンモニアを使用する場合の操作手順について説明しています。

はじめに

特に、アンモニアは、ポジティブ化学イオン化とネガティブ化学イオン化のための便利な試薬ガスのひとつです。ポジティブ化学イオン化 (PCI) 用の試薬ガスとして、アンモニアには非常に高いプロトン親和性 (204 kcal/モル) があり、殆どの分子に対して比較的僅かな開裂しか生成しません。電子捕獲負イオンの化学イオン化 (ECNI または NCI) のバッファガスとして、アンモニアはメタンの約 7 倍の熱電子イオン化力があります。この技術ノートでは、5975 inert MSD プラットフォームで CI ガスとしてアンモニアを使用する場合の操作手順について説明しています。これらの手順が行われないと、十分な性能が得られず、またハードウェアを損傷することになります。このノートは、ハードウェアマニュアルの情報を置き換えるものではありません。ハードウェアマニュアルは MSD を操作する前によく読んで十分理解しておく必要があります。

試薬ガスの純度

メタンやイソブタンにあるような、適切なガスフィルタはアンモニアにはありません。従って、確実に 99.998% を上回る、高い純度のアンモニアを使用する必要があります。水と酸素は、最もありふれた深刻な汚染物質なので、5 ppm を超えて存在してはいけません。チューニングに使用するメタン試薬ガスでは、中に存在する水が、幅の広い割れたピークの原因になります。これはチューニングレポートで高い 19/29 比として検出することができます。アンモニア中に水があると、フィラメントの寿命が非常に短くなります。Agilent 5975 inert MSD で使用するアンモニアの流量は、僅か 1 mL/min 程度です。より高価なガスを使用しても、長期的にみればより高いコスト効果が得られます。

アンモニアガスの接続

アンモニアには、専用の耐食レギュレータ、およびデュアルステージの低流量レギュレータをお勧めします。これらのレギュレータの寿命は比較的限られており、水分により急速に寿命を縮めますが、高い純度のアンモニアを使用することで改善できます。水分に曝されるもうひとつの主原因は、アンモニアシリンダの交換時です。乾燥窒素でレギュレータをパージし、水分がレギュレータに接触しないようにして、レギュレータの寿命を伸ばしているユーザもいます。

5975 inert MSD の化学イオン化にアンモニア試薬ガスを使用する

アンモニアはシリンダ内では液体で存在するため、レギュレータから液体のアンモニアがシステムに直接流れ込むおそれがあります。シリンダとレギュレータは、CI 試薬ガスのマスフローコントローラよりも下に設置して、液体アンモニアがサイフォンによってマニホールドに流下するのを避ける必要があります。レギュレータから 5975 inert MSD の CI マニホールドの背面まで、ステンレスのチューブを使用してステンレスのフィッティングで接続します。ステンレスのチューブをコイル状にして MFC 背面のフィッティングまで垂直に立ち上げ、アンモニアがマニホールドに導入される前に、充分気化されるようにします (図 1 参照)。

レギュレータの圧力は、20 psi 未満に設定しておく必要があります。アンモニアの気化が不完全な場合、液体アンモニアの「泡」によって、データベースライン上に「負のピーク」が出現します (図 2)。この試薬ガスフローの不連続性により、データが損なわれます。「負のピーク」は液体アンモニアの泡が原因なので、サイフォンによる流下が起こっているか、試薬ガスからの接続でコイル状に立ち上げたチューブの長さが足りないか、あるいはその両方です。

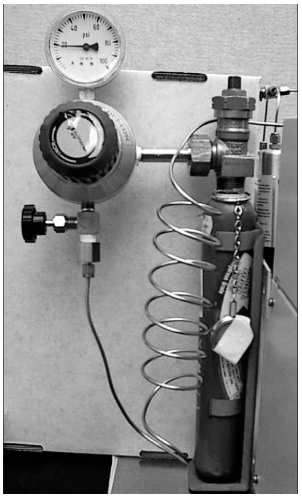

図 1　アンモニア試薬ガスを気化させるようコイルを接続した例。通常、レクチャーボトル容器アンモニアは純度が悪いので避けたほうがよい。

アンモニア試薬ガスでの操作

CI モードによる操作では、CI 取り込みメソッドによってガスが自動的に設定されます。これにより、ユーザは、シングルシーケンスの 2 つの CI ガスのうちのいずれかでポジティブ CI メソッドとネガティブ CI メソッドを交互に

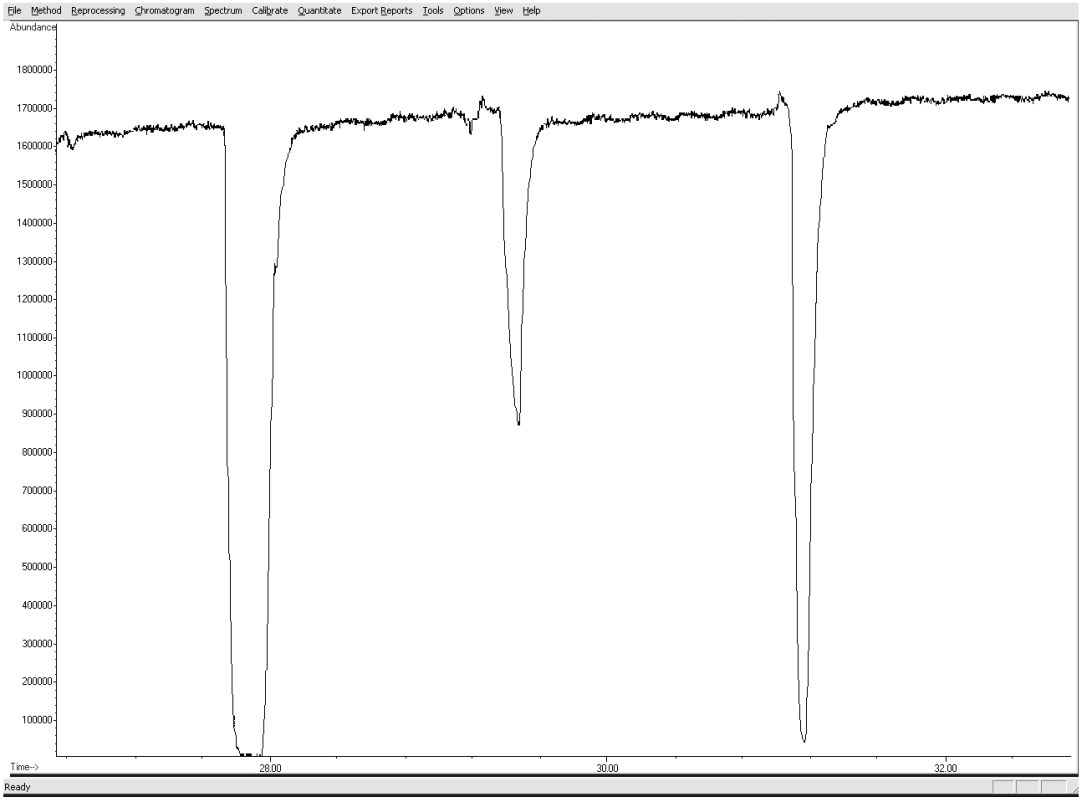

図 2　イオンソースに導入される液体アンモニアの気化が不十分な場合の影響。

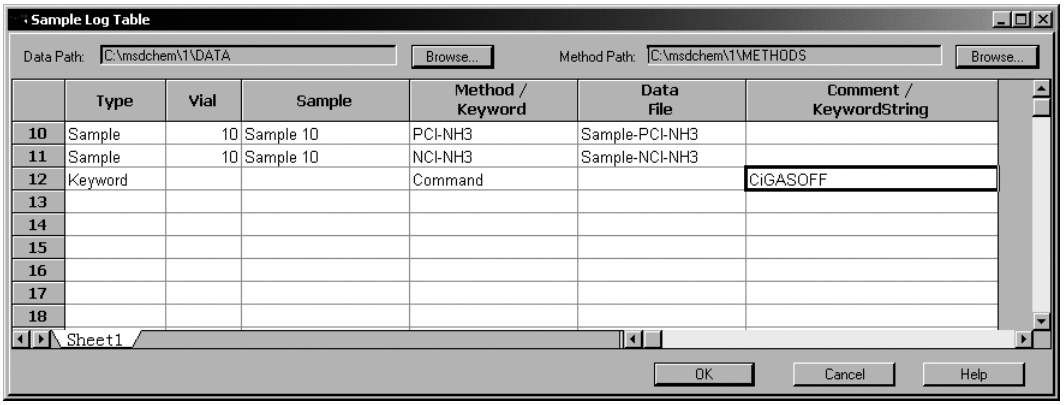

図 3　シーケンスの最後に cigasoff コマンドを実行。

実行できます。新しい化学イオン化機能についての説明は Agilent 文書番号 5989-4347 [1] をご参照ください。

アンモニアの使用量とメカニカルポンプへのスループットを最小限にするには、シーケンスの最後に、試薬ガスをシャットオフします。マクロから、シーケンスの最終ラインのマクロコマンドとして cigasoff コマンドを呼び出すことにより、シーケンスの最後またはメソッドの最後に CI ガスを自動的にオフにすることができます (図 3)。

メカニカルポンプの操作とメンテナンス

通常、メカニカルポンプに流れ込んだ「凝縮性蒸気」は、メカニカルポンプの「ガスバラスト」運転により取り除くことができます。これは、MSD のポンプダウン後などで、多量の水を取り除くには常によい方法でした。しかし、アンモニアガスはオイルの中の水と反応するので、pH 値が上がり、ポンプシールが腐食してしまいます。バラストによって多量の水が混入すると、この有害なプロセスが加速されるだけです。新しいメカニカルポンプは、高温で運転することによって凝縮性蒸気をよりうまく除去します。したがって、システムでアンモニアを使用している場合や使用した後では、ガスバラストによる運転をしてはいけません。

ポンプオイル交換頻度

ポンプオイルは、少なくとも 3 か月ごと、できればもっと頻繁に交換する必要があります。オイルの色に大きな変化がある場合にはいつでもオイルを交換する必要があります。頻繁なオイル交換は、比較的お金を掛けずに、ポンプの運転を正常に保ち寿命を永らえる防護措置になります。ケミステーションソフトウェアには、メンテナンス期間のリマインダが用意されており、オイル交換の時期を自動的に通知してくれます。

信頼性の高いアンモニア適合性のあるオイルフリーポンプ

Agilent 部品番号 G3170-80032 は、日常的にアンモニアを使用する MSD システムでの代替として推奨される、オイルフリー (ドライ) ポンプです。このポンプは、アンモニアに耐えるように設計され、実証された耐蝕性のある部品を使用しています。オイルフリー運転により、オイルのメンテナンス問題、および MSD アナライザーへのオイルの逆流などオイルに伴うリスクが無くなります。バラスト運転は、G3170-80032 でもお勧めしません。推奨される整備と交換の間隔は、12 か月です。修理再生用交換ポンプの部品番号は、Agilent 部品番号 G3170-89032 です。

まとめ

アンモニア試薬ガスを使った分析に成功する主要な観点は、以下のとおりです。

- 高純度ガス (99.998% 以上)
- CI 試薬マニホールドへの接続は、液体アンモニアが効果的に気化するようにする
- 頻繁なメカニカルポンプのオイル交換
- オイルフリーのアンモニアに耐蝕性のある G3170-80032 の場合、オイル交換が不要です。
- シーケンスの終了後に、ソフトウェアを使用してアンモニアを自動シャットオフする

これらの項目すべてに従うとと、アンモニア試薬ガスを使用する場合に長期的な成果をあげることが保証されます。

参照文献

1. “5975 inert MSD - 拡張された化学イオン化操作の利点”, Agilent Technologies, publication 5989-4347JAJP, www.Agilent.com/chem

詳細情報

製品とサービスに関する詳細情報については、弊社のホームページ、www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

Agilent は、万一この資料に誤りが発見されたとしても、また、本資料の使用により付随的または間接的に損害が発生する事態が発生したとしても一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

© Agilent Technologies, Inc. 2006

Printed in Japan
June 13, 2006
5989-5170JAJP

Agilent Technologies